

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-248735

(43)Date of publication of application : 09.12.1985

(51)Int.Cl. C08J 3/06
B01F 3/12
B01J 13/00
C08L 67/02
C09D 3/64
// C08J 7/04

(21)Application number : 59-103689

(71)Applicant : TEIJIN LTD

(22)Date of filing : 24.05.1984

(72)Inventor : TAKAHASHI TERUO

SUZUKI KENJI

MIURA SADAMI

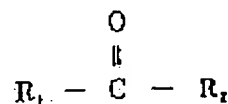
KANAI TAMAKI

(54) PRODUCTION OF COATING COMPOSITION DISPERSED IN WATER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled composition suitable for the coating of a subbing layer to improve the adhesivity of a base film, stably, by dissolving a water-insoluble copolymerized polyester resin in a specific organic solvent, mixing said solution homogeneously with water, and removing the solvent from the mixture.

CONSTITUTION: A water-insoluble copolymerized polyester resin (preferably a resin containing organic sulfonic acid salt, etc., e.g. 5-Na sulfoisophthalate, etc.) is dissolved in an organic solvent composed mainly of dioxane and/or the ketone of formula (R1 and R2 are 1W4C alkyl) (preferably dioxane), and the solution is mixed homogeneously with water e.g. by high-speed agitation, etc. The organic solvent is removed from the resultant mixture preferably by distillation to obtain the objective composition containing fine resin particles dispersed uniformly in water. To improve the stability of the aqueous dispersion, it is preferable to add a surfactant to the resin solution.



⑩ 日本国特許庁 (J P)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-248735

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)12月9日

C 08 J 3/06
B 01 F 3/12
B 01 J 13/00
C 08 L 67/02

CFD

7248-4F
6639-4G
8317-4G
8118-4J

※審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 水分散コーティング組成物の製造法

⑯ 特 願 昭59-103689

⑰ 出 願 昭59(1984)5月24日

⑱ 発 明 者 高 橋 輝 夫 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内
⑱ 発 明 者 鈴 木 賢 司 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内
⑱ 発 明 者 三 浦 定 美 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内
⑱ 発 明 者 金 井 玉 樹 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内
⑲ 出 願 人 帝 人 株 式 会 社 大阪市東区南本町1丁目11番地
⑳ 代 理 人 弁 理 士 前 田 純 博

最終頁に続く

明 細 書

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は易接着性ポリエステルフィルムの製造に好適な水分散コーティング組成物の製造法に関する。更に詳しくは、本発明はポリエステルフィルムに易接着性を付与する、水不溶の共重合ポリエステル樹脂をジオキサン及び/または脂肪酸ケトンの主成分とする有機溶媒に溶解し、得られる溶液を水と均一混合し、次いで得られる混合液を脱溶媒処理して有機溶媒を分離することを特徴とする水不溶の共重合ポリエステル樹脂微粒子を均一分散せしめてなる水分散コーティング組成物の製造法に関する。

従来技術

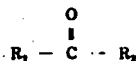
二軸延伸熱固定したポリエステルフィルムは耐熱性、ガス遮断性、電気的特性および耐薬品性が他の樹脂からなるフィルムにくらべて優れている。しかし、その表面は高度に結晶配向されているので、表面の親油性が高く、

1. 発明の名称

水分散コーティング組成物の製造法

2. 特許請求の範囲

水不溶の共重合ポリエステル樹脂微粒子を水に均一分散せしめて水分散コーティング組成物を製造する方法において、該共重合ポリエステル樹脂をジオキサン及び/または下記構造式



(但し、式中の R_1 及び R_2 は炭素数1~4のアルキル基である。)

で換わされるケトンを主成分とする有機溶媒に溶解し、得られる溶液を水と均一混合し、次いで得られる混合液を脱溶媒処理して有機溶媒を分離することを特徴とする水分散コーティング組成物の製造法。

塗料、接着剤およびインキの受容性に乏しい。

そこで、ポリエステルフィルムの表面に合成樹脂層を設ける場合、両者の接着性を強固にするために、基体表面をコロナ放電処理、紫外線照射処理、プラズマ処理あるいは火焰処理を施し、表面を活性化したあと合成樹脂塗膜を被覆する手段が適用されている。

しかしながら、これらの基体表面への活性化手段は、被覆物質層に対して固れによる二次結合力の増進による接着性向上は期待しうるものの、その活性は経時的に低下する。しかして、このような表面の活性化手段は必ずしも満足すべきものではない。

ポリエステルフィルム基体表面の受容性を高める他の方法として、種々の薬剤で表面を膨潤または部分的溶解するエッチング方法が提案されている。これは表面を酸、アルカリ、アミン水溶液、トリクロル酢酸またはフェノール類らの薬剤に浸漬し表面をエッチングして表面近傍の結晶配向を分解、溶解、緩和な

どを施すと同時に耐薬性を低下せしめてバインダー樹脂との付着性を高めようとするものである。その効果は最も確実で、基材とその上に設けられる合成樹脂塗膜層の密着性は強固となる。しかしながら、この方法に用いられる薬剤には有害なものもあつて、取扱の上危険を伴つたり、大気中に薬剤の揮散物が放出される恐れがあり作業環境の汚染をもたらさないような万全の注意が必要となるなど実用面で種々な不利な問題がある。

この方法に類似する手段として、予め基体上にプライマー層（下塗り層）を設け、基材とは異質の表面層を形成せしめたあと所望する合成樹脂塗膜を被覆する方法がある。例えば、特開昭53-2536号公報にはコーティング物をポリエステルフィルム上に塗布する方法が開示されているが、該コーティング物が水溶性であるため耐湿性が劣つたり、また塗布時の溶媒として有機溶剤を使用しているため、その使用環境が制約されることが多

い。

また、溶剤を用いたコーティング組成物の下塗り層形成に際しては、従来製膜工程とは別のプロセスにおいて塗布処理が行われるので、処理工程中でゴミ、埃粒物などの塵埃をまきこむ危険がある。この理由からフィルムの高度化加工商品、例えばオーディオ用磁気テープ、ビデオ用磁気テープ、コンピューター用磁気テープ、X線写真フィルム、印刷用写真フィルム、ジアソマイクロフィルムなどの精密微妙な品質を維持しなければならない用途においては、易接着性の表面がうまく形成されたとしてもベースフィルムとしての腐蝕による表面欠陥があるとこれら用途には供し得ない。特に、ベースフィルムを所望する加工品に仕上げるに際し、その中間で一度加工性に富む表面に変性すべく、プライマーコート処理の工程を設けることは、合理性を欠き、経済的あるいは工業技術上も有利とは言えない。

そこでプライマー（下塗り）を施すプロセスを極力塵埃の生じにくい雰囲気すなわちポリエステルフィルム製造の工程中で実施進行する場合に前述高度化フィルム加工商品の用途にも充分対応が可能となる。

このようなフィルム製造プロセスでのインライン下引処理を行うことが望まれる。この下引き処理として、例えば特開昭56-106860号、特開昭58-1727号が提案されているが、前者では接着性を改善するためのバインダーの軟化点が高く200℃以上の高温処理が必要である上に、更にフィルム表面が粗れるため表面の平滑性を要求する高級な磁気テープには不向きであり、後者では水性液のために耐湿性が劣る欠点がある。

また、このインラインにおける下引き処理には水分散液が特に好ましい。何故なら、有機溶剤を溶媒として用いてコーティング組成物を用いると、逸散有機溶剤による周囲環境の汚染、安全および衛生上好ましくからざる状

題を招来し、製造工程に悪影響を及ぼすからである。

水不溶性ポリエステル樹脂を水分散化する方法としては、従来から、(1)ポリエステル樹脂及び水と共に乳化剤、分散剤、懸濁化安定剤等を用いて乳化液又は懸濁液を作る；(2)ポリエステル樹脂を加熱溶解させ、水又は他の媒体と接触分散させた後に不溶な媒体を除去する；(3)ポリエステル樹脂の微粒子を前もって造り、この粒子を水に分散させ安定化させる方法がとられている。

しかし、(1)の方法では大量の乳化剤、分散剤が必要であり、更にこの乳化剤、分散剤によつて塗布した共重合ポリエステル樹脂の可塑化が起り耐湿性や耐熱性を低下する。(2)の方法では高温のポリエステルが水と接触するためエステル部分の分解により分子量の低下が起り、接着性や耐熱性の劣化が起る。(3)の方法では微粒子化の工程が複雑であり、またその分散液の安定性が劣る。

また、特開昭55-99947号公報に特定組成のポリエステル樹脂を一旦ナトラヒドロフランに溶解し、得られた溶液と水とを混合してから常圧、加圧下での蒸留で脱溶剤して水分散液とする方法が開示されているが、この方法では蒸留時の温度が高くなり、このため該ポリエステル樹脂の加水分解が起つたり、一度分散したポリエステル樹脂が再溶解して系の粘度を高め、蒸留中に突沸を起すなどの欠点が見られる。この突沸を防止するにはポリエステル樹脂の濃度を低く、約18重量%以下に抑える必要がある。

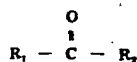
発明の目的

本発明の目的は、上述の問題を解決し、ベースフィルムに塗布される種々の被覆物例えばセロファンインキ、磁気塗料、セラチン組成物、オフセットインキ、電子写真トナー、ケミカルマツト塗料、シアソ塗料、ヒートシール性付与組成物、無機質被覆形成性物質等に対し優れた密着性を有し、かつこれらのコ

ーティング加工時に於ける静電気発生による塗布不良や粘着によるトラブルを防止し、更に二塩基性ポリエステル種々の製造条件下に於いても、易塗着性を付与した効果が現れ得るプライマー薄層を製造するに適した水分散コーティング組成物を安定して製造する方法を提供することにある。

発明の構成

本発明の目的は、本発明によれば、水不溶性の共重合ポリエステル樹脂微粒子を水に均一分散せしめて水分散コーティング組成物を製造する方法において、該共重合ポリエステル樹脂をジオキサン及び/または下記構造式



(但し、式中の R_1 及び R_2 は炭素数1~4のアルキル基である。)

で表わされるケトンを含む有機溶媒に溶解し、得られる溶液を水と均一混合し、次いで得られる混合液を脱溶剤処理して有機

溶媒を分離することとを特徴とする水分散コーティング組成物の製造法によつて達成される。

本発明に用いる水不溶性の共重合ポリエステル樹脂は、二塩基酸またはそのエステル形成性誘導体とジオールまたはそのエステル形成性誘導体とから合成される共重合の線状飽和ポリエステルである。このようなポリエステルの二塩基酸成分としては、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、無水フタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサレンジカルボン酸、アジピン酸、セバシン酸、トリメリット酸、ピロメリット酸、ダイマー酸、イタコン酸等を例示することができる。また、これらの成分と共にp-ヒドロキシ安息香酸、p-(p-ヒドロキシエトキシ)安息香酸等のヒドロキシカルボン酸も用いることができる。

また、ジオール成分としてはエチレングリコール、1,4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、ジエチレングリコール、ジブ

ロビレングリコール、1,6-ヘキサジオール、1,4-ジクロヘキサジメタノール、キシリレングリコール、ジメチロールプロピオン酸、グリセリン、トリメチロールプロパン、ポリ(エチレンオキッド)グリコール、ポリ(アトラメチレンオキッド)グリコール等を例示することができる。

この共重合ポリエステル樹脂としては、分子内に有機スルホン酸塩及び/又はカルボン酸塩を含むものが水分散液を作るのに有利となり好ましい。このカルボン酸塩の導入は通常3官能のカルボン酸を用いるために重合の工程で分枝が起りゲル化しやすく、その点スルホン酸塩の導入の方がより有利である。

スルホン酸塩の基を分子内に導入するためには、例えば5-Naスルホイソフタル酸、5-アソモニウムスルホイソフタル酸、4-Naスルホイソフタル酸、4-メチルアソモニウムスルホイソフタル酸、2-Naスルホテフタル酸、5-Kスルホイソフタル酸、4-K

スルホイソフタル酸、2-Kスルホテフタル酸、Naスルホコハク酸等のスルホン酸アルカリ金属塩系又はスルホン酸アミン塩系化合物等を用いることが好ましい。スルホン酸塩の基を有する多価カルボン酸又は多価アルコールは全多価カルボン酸成分又は多価アルコール成分中0.1~2.0モル当り、好ましくは1~8モル当りを占める。0.5モル当り未満では親水性が劣り水分散化ができず、2.0モル当りを超えると耐水性が劣る。

また、カルボン酸塩基を分子内に導入するためには、例えば無水トリメリット酸、トリメリット酸、無水ピロメリット酸、ピロメリット酸、トリメシン酸、シクロブタンアトラカルボン酸、ジメチロールプロピオン酸等の化合物を用いることができる。また、カルボン酸塩はカルボン酸をアミノ化合物、アソモニア、アルカリ金属等で中和することによって得ることができる。

カルボン酸塩及び/又は有機スルホン酸塩

の基をポリマー分子内に導入する場合には公知の種々な方法を採用することができる。

例えば、

(i) 分子内にカルボン酸塩または有機スルホン酸塩の基を有する化合物を原料の1成分としてポリエステル樹脂を合成する方法、

(ii) 分子内にカルボン酸基を3個以上有する化合物を原料の1成分としてポリエステル樹脂を合成した後、ポリエステル中の遊離のカルボキシル基をアソモニア、アミン、アルカリ金属化合物等で媒体中で中和させる

等の方法がある。iiの方法を更に説明すると、例えば無水トリメリット酸をポリエステル原料の1成分として用いて通常に遊離のカルボキシル基を有するポリエステル樹脂を造り、反応終了後にアソモニア水を添加して中和し、本発明に供する水不溶性の共重合ポリエステル樹脂を得ることができる。

かかる共重合ポリエステル樹脂の酸成分としてはテフタル酸とイソフタル酸が好ましく、ジオール成分としては水分散化のためにはネオペンチルグリコールを含有することが好ましく、かつこの割合はグリコール成分の20~80モル当りの範囲が好ましい。

本発明に用いる水不溶性の共重合ポリエステル樹脂は耐湿性向上のために水に不溶であることが必須条件である。水不溶性としては、80℃の熱水中でのポリマー溶解度が1重量%以下であり、好ましくは0.1重量%以下であり、更に好ましくは熱水で膨潤する程度が好ましい。

本発明に用いる有機溶媒は、ジオキサン及び/または脂肪族ケトンを主成分とする有機溶媒であり、共重合ポリエステル樹脂を溶媒100g中に1g以上溶解することができ、また水に対する溶解度が2重量%以上であり、かつ系の沸点が100℃以下となる溶媒である。この水に対する溶解性はエニサイクロペ

ディフオブケミカルテクノロジー

(Encyclopedia of chemical technology)
Vol 12 第670頁(1954)に記載されて
いる方法で求めることができ20重量%以上の
溶解度が好ましく、特に水に無限大に溶解
する溶解度が好ましい。2重量%未満の溶解
性を示す樹脂は、共重合ポリエステル樹脂の
溶液を水に分散させたときに相溶性が悪く、
二相に分離し安定な水分散液ができなくなる。
また系の沸点が100℃より低くなると脱溶
媒の操作が複雑となり、また安定な水分散液
を得ることが難しくなるので好ましくない。
更にまた、共重合ポリエステル樹脂の溶解性
が低いと、水分散液中のエマルジョン粒子が
大きくなり、水分散液が不安定になる。

系の沸点としては有機溶媒単独では100
℃以上であっても水との共沸点が100℃以
下であればよい。例えば、メチルイソブチル
ケトン単独では115℃の沸点であるが、
水との共沸点が88℃であり、本発明の溶剤

として使用できる。

かかる有機溶媒としては、1,3-ジオキサン、
1,4-ジオキサン、アセトン、メチルエ
チルケトン、ジエチルケトン、メチルプロピ
ルケトン、メチルイソブチルケトン等を例示
することができる。これらは2種以上混合し
て用いてもよく、また小割合(例えば20重
量%未満、更には10重量%未満)の他の溶
媒、例えば有機メチル、有機エチル、即ちエ
チル、メチルアルコール、エチルアルコール、
イソプロピルアルコール等と併用することが
できる。これらの中ジオキサンが特に好まし
い。

本発明の特徴は、水分散液を製造するにあ
たり共重合ポリエステル樹脂の溶液と水とを
例えば高速攪拌条件下で混合して先ず溶液-
水系の安定な分散液をつくり、次いで該分散
液を脱溶媒処理(例えば蒸留処理)にかけて
有機溶媒を分離することにある。溶液と水と
の混合は、高速攪拌下の水に溶液を添加して

もよいが、高速攪拌下の溶液に水を添加する
方が徐々に樹脂を析出させることができ、分
散粒子径を小さくすることができることから、
より好ましい。

この溶液-水系によつて安定な分散液が確
保される理由としては、まづ高速攪拌の剪断
力によつて共重合ポリエステル樹脂の溶液が
微粒子化する工程において大粒子では表面積
が小さいために脱溶媒化が遅く流動性を比較
的長い時間保っており、この間に更に攪拌に
よる微粒子化が可能であり、一方小粒子では
体積に対する表面積の割合が大きいため急速
に脱溶媒が進んで粒子の流動性が比較的短い
時間で失われ、このため粒子同志の衝突に
よる粒径の増大が起らず、微粒子として安定
化するものと考えられる。

以上の理由から脱溶媒処理前の水-溶液分
散液中の水と溶液の比は重量で20:80~
100:1が好ましい。

また、共重合ポリエステル樹脂溶液の濃度

は1~40重量%が好ましく、更には5~

30重量%が好ましい。濃度が40重量%を
越えると溶液の流動性を失い、また1重量%
未満になるとエマルジョン粒子の流動性が大
きく、粒子同志の衝突により粒径が増大し分
散液が不安定になる。高速攪拌の手段として
は例えばミキサー、ホモジナイザー等の如き
高速攪拌装置を用いることができる。

かくして得られる溶液-水分散液から樹脂
を分離除去する脱溶媒処理としては蒸留が最
も好ましい。蒸留法は操作が簡便でかつ効率
が高いという利点を有する。蒸留においては、
通常用いた樹脂の沸点が水より低いために先
ず溶液が沸とうし該樹脂が系外に蒸去され、
水分散液が容易に得られる。樹脂の沸点が
100℃に近い場合には減圧蒸留が好ましい。
この場合常圧蒸留すると、水と溶液との沸点
差が小さく、完全な脱溶媒がむずかしく、ま
た共重合ポリエステル樹脂の加水分解が起り
やすいので注意を要する。得られる水分散液

中の残留溶媒濃度は、従来技術で述べた如くインラインコーティング時の作業環境汚染等の理由で低い方がよい。残留溶媒は5重量%以下、更には1重量%以下、特に0.1~0重量%とするのが好ましい。

かかる水分散液を得るに当つて、液の安定性を増すために必要量の界面活性剤を添加することが望ましい。更にこの界面活性剤は予め共重合ポリエステル樹脂形成中に加えておくことが望ましいが、分散する水の中に加えることも可能である。界面活性剤としては水分散液の表面張力を40 dyne/cm以下に降下でき、ポリエステルフィルムへの濡れを促進するものが好ましく、公知の多くのアニオン型界面活性剤、ノニオン型界面活性剤等の中から用いることができる。有効な界面活性剤としてはホリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪族エステル、ソルビタン脂肪族エステル、グリセリン脂肪族エステル、脂肪族金属石けん、アル

キル硫酸塩、アルキルスルホン硫酸塩、アルキルスルホコハク硫酸塩、第4級アンモニウムタロライド、アルキルアミン塩硫酸塩等を挙げることができる。水分散液中の共重合ポリエステル樹脂の濃度は0.5~30重量%が好ましく、また界面活性剤量は共重合ポリエステル樹脂100重量部に対して1~50重量部の範囲で用いることが好ましい。

このようにして得られた共重合ポリエステル樹脂の水分散コーティング組成物はポリエステルフィルム上に塗設することによつてフィルムの接着性を向上させることができる。この水分散液を塗布する方法として公知の任意の塗工法が適用できる。例えばロールコート法、グラビアコート法、ロールブラッシュ法、スプレーコート、エアナイフコート、含浸法およびコーテンコート法などを改定または組み合わせて適用するとよい。

塗工を施す工程は、ポリマーを溶融押出してヤサステイニングした未延伸状態のフィルム

に直ちに、またはタテまたはヨコのいずれか一方方向に延伸を施した直後の基材表面を対象とするのが好ましい。プライマー層を形成せしめ、少なくともその効能を発現させるためには、熱固定を受ける直前までに塗膜を乾燥せしめ、そのあと少なくとも120℃以上の温度で2秒間以上塗膜を加熱することが好ましい。またプライマー層の塗設は、予め未延伸フィルム又は一軸延伸フィルムを採取し、これに塗布乾燥をフィルム製造ライン外で行い、続いて二軸延伸又は一軸延伸と熱固定を行うこともできるが、プライマー処理効果および経済性の点から、フィルム製造ラインの中で適用することが好ましい。

本発明の水分散コーティング組成物を塗布するのに好適なポリエステルフィルムは、芳香族二塩基酸またはそのエステル形成性誘導体とジオールまたはそのエステル形成性誘導体とから合成される線状飽和ポリエステルからなるフィルムである。この線状飽和ポリエス

テルとしてはポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート、ポリ(1,4-シクロヘキシレンジメチレンテレフタレート)等が好ましく例示でき、これらの共重合体またはこれらと小割合の他樹脂とのブレンド物なども含まれる。上述の線状飽和ポリエステル樹脂を溶融押出し、常法でフィルム状となし、配向結晶化並びに熱処理結晶化(ヒートセット)したものが本発明におけるポリエステルフィルムとして好適である。特にポリエチレンテレフタレートフィルムが好ましい。これらフィルムの厚さは通常4~350μmである。

本発明の水分散コーティング組成物で被覆処理された易接着性フィルムはセロファンインヤ、田気塗料、ゼラチン組成物、アミノ油系オフセットインヤ、電子写真用トナー組成物、ケミカルマフット塗料、ジアゾ塗料、ヒートシール性付与組成物、無機質被覆形成性物

物および金属蒸着物負らに対して極めて広汎な密着付着性を示す。

実施例

以下、実施例をあげて詳しく説明する。

なお実施例中の測定項目は次の方法で測定した。また「部」とあるのは「重量部」をあらわす。

1. 接着性

プライマー被覆処理上ポリエスナルフィルムに各種上塗り塗布物を所定の条件においてコーティングし、スコッチテープ No. 600 (スリーM社製) 巾19.4mm、長さ8cmを気泡のはいらないように粘着し、この上をJIS. C2701 (1975) 記載の手動式荷重ロールでならし貼着積層部5cm間を東洋ボールドウィン社製テンションUM-IIを使用してヘッド速度300mm/分で、この試料をT字剥離し、この際の剥離強さを求め、これをテープ巾で除してg/cmとして求める。なおT字剥離において積層

体はテープ側を下にして引取りチャック間を5cmとする。

2. 耐湿ブロッピング性

2枚のフィルム(50mm×50mm)を処理面と反対面を重ね合わせてこのフィルムの上に直径30mmの金属プレートを置き、このプレートに $5\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力を40℃×75%RHの雰囲気中で24時間かけたのち金属プレートをはずし、2枚のフィルムの剥離状況を観察した。

評価値

剥離状況

- | | |
|---|---------------|
| 4 | 全く音がせず剥離する |
| 3 | 軽い音がして剥離する |
| 2 | バリバリと音がして剥離する |
| 1 | フィルムが破れる |

なお、接着性評価を行う際に用いた塗料は以下の方法で調製した。

(評価用塗料の調製)

油性塗料

塗料用ラッカーシンナーにニトロセル

ローズRS1/2 (イソプロパノール25%含有フレクスタイセル物製) を溶解し、40wt%溶液を調製し、該液を43.9部、脱いてポリエスナル樹脂(デスモフェンサ1700バイエル社製)325部、二酸化クロム磁性粉末2.60g、分散剤・湿潤剤として大豆油脂肪酸(レシオンP; 煙研ビタミン物製)、カチオン系活性剤(カチオンAB日本油脂物製)およびスクワレン(鯊肝油)を夫々1部、0.5部および0.8部をボールミルに投入する。ノチルエチルケトン(MEKと以下略記)/シクロヘキサノン/トルエン=3/4/3(重量比)からなる混合溶液282部をさらに追加混合して、充分微粉化して母液塗料(45wt%)を調整する。この母液5.0部に対し、トリメチロールプロパンとトルレインジソシアナートとの付加反応物4.8部(コロネートL: 日本ポリウレタン工業物製)を酢酸

ブチル0.25部を加え、最終的に42.75wt%の評価用油性塗料を得た。

実施例1及び比較例1、2

組成成分として「アレフタル酸(49モル%)、イソフタル酸(49モル%)及び5-Naスルホイソフタル酸(2モル%)、グリコール成分としてエチレングリコール(50モル%)及びネオペンタグリコール(50モル%)からなる水不溶の共重合ポリエスナル樹脂(25℃の η -クロロフェノール中で測定したポリマーの極限粘度 $(\eta) = 0.55$)8部を1,4-ジオキサン(水への溶解度: 無限大、水との共沸点88℃)90部に溶解し、これにノニオン系界面活性剤ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(HLB 12.0)2部を混合溶解した。

この溶液に水290部をホモジナイザーで高速攪拌しながら徐々に添加して溶液-水分散液を得た。この分散液を約2時間常圧蒸留し、1,4-ジオキサンを脱着して安定した水分散

液を得た。この水分散液は2ヶ月以上安定であった。

比較のために溶媒として1,2ジクロロエタン(水に対する溶解度; 0.81重量部、沸点; 83.5℃)またはジメチルホルムアミド(水に対する溶解度; 無限大、沸点; 152.8℃)を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行った。

1,2ジクロロエタンの場合(比較例1)には溶媒の水に対する溶解性が不足しているため、共重合ポリエステル溶液を水中に分散させた時点で2相に分離してしまつた。またジメチルホルムアミドの場合(比較例2)は、溶媒-水分散物は得られたが、常圧又は減圧下での蒸留法では脱溶媒ができず、そこで水蒸気蒸留法で蒸留したが残留溶媒が5重量部以上残り、インライン用コーティング組成物としては不適格であつた。

実施例2

実施例1の共重合ポリエステル樹脂4部をメ

チルエチルケトン(水に対する溶解度26.8重量部、水との共沸点73℃)95部に加熱溶解し、これにノニオン系界面活性剤ポリオキシエチレン、ルフェニルエーテル1部を添加した。この溶液に水295部をホモジナイザーで高速攪拌しながら徐々に添加して樹脂-水分散液を得た。この水分散液を400mmHgで蒸留して脱溶媒したところ安定した分散液を得た。

(参考例)

易接着フィルムの製造

25℃のオータクロフエノール中で測定したポリマーの極限粘度0.65のポリエチレンテフタレート(清剤含有)を約20℃に維持した回転ドラム上に溶融押出し158μ(ミクロン)の未延伸フィルムを得、次にこれを機械方向に3.5倍に延伸したのち、実施例1の水分散液をヤスコート法にて一軸延伸フィルムの片面に塗布した。その後、98℃の予熱ゾーンを通過し、105℃で3.9倍に横方向に延伸した。続いて

200℃で4.2秒間熱処理を用し平均塗布量15g/m²で厚さ12.2μの二軸延伸プライマー被覆ポリエステルフィルムを得た。このフィルムの処端面の張着性は110g/cmと高く、耐湿ブロッピング性の評価も4と非常に良好であつた。

一方、水分散液のコーティングをしない以外は上記と同様に行つて結晶配向を完了せしめた二軸ポリエチレンテフタレートフィルムを得、このフィルム上に磁性塗料を塗設し80℃1分乾燥して、その後60℃24時間エージング時の塗布厚みが平均5μになるようロールコートした。この上塗り塗料の張着性は3.0g/cmであつた。

特許出願人 帝人株式会社
代理人 弁理士 前田 純 博



特開昭60-248735(9)

第1頁の続き

④Int. Cl.

3 09 D 3/64
// C 08 J 7/04

識別記号

庁内整理番号

CFD

6516-4J
7446-4F